

This Page Is Inserted by IFW Operations
and is not a part of the Official Record

BEST AVAILABLE IMAGES

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images may include (but are not limited to):

- BLACK BORDERS
- TEXT CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES
- FADED TEXT
- ILLEGIBLE TEXT
- SKEWED/SLANTED IMAGES
- COLORED PHOTOS
- BLACK OR VERY BLACK AND WHITE DARK PHOTOS
- GRAY SCALE DOCUMENTS

IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.

**As rescanning documents *will not* correct images,
please do not report the images to the
Image Problem Mailbox.**

011875455 **Image available**

WPI Acc No: 98-292365/199826

Adhesive composition for laminating optical disk substrates - contains polymerisable unsaturated compound, phosphine oxide(s), photoinitiator etc.

Patent Assignee: SHOWA DENKO KK (SHOW)

Number of Countries: 001 Number of Patents: 001

Patent Family:

Patent No	Kind	Date	Applicat No	Kind	Date	Main IPC	Week
JP 10102007 A		19980421	JP 96262168 A		19961002	C09J-004/00	199826 B

Priority Applications (No Type Date): JP 96262168 A 19961002

Patent Details:

Patent	Kind	Lan	Pg	Filing Notes	Application	Patent
JP 10102007 A			8			

Abstract (Basic): JP 10102007 A

Adhesive composition (P) for laminating optical disk substrates contains polymerisable unsatd., cpd. (A), bisacyl phosphine oxide cpd. (B1) of formula (I) and/or acyl phosphine oxide cpd. (B2) of formula (II) as photoinitiator (B), and opt. phosphoric acid gp. contg. unsatd. cpd. (C). In the formulae R1, R2, R3, R4, R5, and R6 = each independently an alkyl, aryl, allyl, aralkyl, alkenyl, alkynyl, heterocyclic ring, subst. alkyl, subst. aryl, subst. allyl, subst. aralkyl, subst. alkenyl, subst. alkynyl gp. Also claimed is a manufacture (M) of optical disks comprising: (1) a coating process, in which (P) is coated on the surface of at least one optical disk substrate of two substrates to be bonded; and (2) an irradiation process, in which light containing the wavelength that is absorbed by (B) is irradiated from at least one side of the laminated two disk substrates to cure (A) and realise bonding between two substrates.

USE - (P) and (M) are suitable for mfg. optical disks.

ADVANTAGE - (P) can produce very strong adhesion having high durability and reliability without causing deformation and/or erosion of substrates within a short time and without any complicated process.

Dwg.0/0

(19)日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11)特許出願公開番号

特開平10-102007

(43)公開日 平成10年(1998)4月21日

(51)Int.Cl.⁶

C 0 9 J 4/00
G 1 1 B 7/24

識別記号

5 4 1

F I

C 0 9 J 4/00
G 1 1 B 7/24

5 4 1 M

審査請求 未請求 請求項の数 5 O L (全 8 頁)

(21)出願番号 特願平8-262168

(22)出願日 平成8年(1996)10月2日

(71)出願人 000002004

昭和電工株式会社

東京都港区芝大門1丁目13番9号

(72)発明者 渡辺 岳男

千葉県千葉市緑区大野台1丁目1番1号

昭和電工株式会社総合研究所内

(72)発明者 杉田 修一

千葉県千葉市緑区大野台1丁目1番1号

昭和電工株式会社総合研究所内

(72)発明者 錦田 博穂

千葉県千葉市緑区大野台1丁目1番1号

昭和電工株式会社総合研究所内

(74)代理人 弁理士 矢口 平

最終頁に続く

(54)【発明の名称】光ディスク基板貼り合わせ用接着剤及び光ディスクの製造方法

(57)【要約】

【課題】短時間に複雑な工程を必要とせずに光ディスク基板の変形、侵食がなく、かつ極めて強い接着力が得られ長期にわたって優れた耐久性と信頼性を具備する光ディスク基板貼り合わせ用接着剤組成物及び該接着剤による光ディスクの製造方法を提供する。

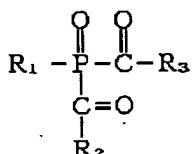
【解決手段】従来用いられてきた光ディスク基板貼り合わせ用接着剤に用いられている紫外光重合開始剤に変えて、より長波長領域に吸収を有する、特定の構造を有する可視光重合開始剤を用いること。

【特許請求の範囲】

【請求項1】 重合性不飽和化合物及び光重合開始剤である一般式(1)で表されるビスアシルホスフィンオキサイド化合物及び/または一般式(2)で表されるアシルホスフィンオキサイド化合物を含有することを特徴とする、光ディスク基板貼り合わせ用接着剤組成物。

一般式(1)；

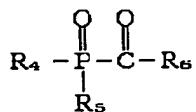
【化1】



(式中、R₁～R₃はそれぞれ独立してアルキル基、アリール基、アリル基、アラルキル基、アルケニル基、アルキニル基、複素環基、置換アルキル基、置換アリール基、置換アリル基、置換アラルキル基、置換アルケニル基、置換アルキニル基または置換複素環基を示す)

一般式(2)；

【化2】



(式中、R₄～R₆はそれぞれ独立してアルキル基、アリール基、アリル基、アラルキル基、アルケニル基、アルキニル基、複素環基、置換アルキル基、置換アリール基、置換アリル基、置換アラルキル基、置換アルケニル基、置換アルキニル基または置換複素環基を示す)

【請求項2】 重合性不飽和化合物、光重合開始剤である一般式(1)で表されるビスアシルホスフィンオキサイド化合物及び/または一般式(2)で表されるアシルホスフィンオキサイド化合物、及びリン酸基含有不飽和化合物を含有することを特徴とする、請求項1記載の光ディスク基板貼り合わせ用接着剤組成物。

【請求項3】 重合性不飽和化合物の体積収縮率が10%未満である請求項1又は2記載の光ディスク基板貼り合わせ用接着剤組成物。

【請求項4】 リン酸基含有不飽和化合物の含有量が、組成物全体の0.01～10重量%である、請求項2記載の光ディスク基板貼り合わせ用接着剤組成物。

【請求項5】 請求項1～4記載の接着剤組成物を、貼り合わせる2枚の光ディスク基板の少なくとも一方に塗布し、重ね合わせた後に光重合開始剤の吸収波長を含む光を光ディスク基板の一方、または両面から照射して接着硬化することを特徴とする光ディスクの製造方法。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】 本発明は、光ディスク基板貼り合わせ用接着剤及び貼り合わせた光ディスクの製造方

法に関するものである。更に詳しくは、本発明は、不透明な2枚の光ディスク基板を光硬化を用いて短時間で貼り合わせることができ、また貼り合わせた光ディスクは長期にわたって十分な接着強度を有する、特にデジタルビデオディスク対応光ディスク(以下DVD)の製造方法に好適な光ディスクの製造方法に関する。

【0002】

【従来の技術】 高密度、高精度の記録媒体として有用な光ディスクは、基板上に記録層を形成し、この記録層にレーザービーム等を照射して、情報の記録、再生を行うものである。一般的にこの光ディスクはガラスやプラスチックなどの基板に記録層を形成した光ディスク基板に保護板を貼り合わせたり、またはこの光ディスク基板を相互に張り合わせた構造が採用されている。

【0003】 電子技術1996年8月号、p-52及び日経サイエンス1996年9月号p-28によると、高容量かつ高画質のデジタル画像の記録媒体として注目されるDVDは、従来のコンパクトディスク(以下CD)のトラックピッチ、最短ピット長を共に半分以下にし、直径12cmの単板で4.7Gバイトの高容量を実現している。2層両面のDVD用光ディスクでは、厚さ0.6mmの単板を2枚貼り合わせるために記録容量は9.4Gバイトになる。

【0004】 電子技術1995年7月号によると、読み取り方式によって次のSD(Super Density Disc)規格があり、それぞれ片面読み取りのSD-5、両面読み取りのSD-10、片面2層読み取りのSD-9、両面2層読み取りのSD-18、追記型のSD-R、書き換え可能なSD-RAMである。

【0005】 このうちSD-5に分類されるDVDは、前記の記録層を形成した面にアルミニウム等の金属の反射層を形成させ、その面に保護板を貼り合わせることによって製造できる。SD-9に分類されるDVDはNational Technical Report Vol.41 No.6 p-608-621 Dec.1995によると、記録層面に各種金属あるいは誘電体材料によって形成された半透明層を有する基板と、記録面に反射層が形成された基板とを両信号面を対向させて貼り合わせることによって製造できる。SD-10に分類されるDVDは、記録面に反射膜を形成させた基板を、反射膜が共に内側になるように2枚貼り合わせることによって製造できる。

【0006】 従来この貼り合わせには、エポキシ系接着剤等で貼り合わせる方法や、单板ディスク上にホットメルト接着剤を塗布し、もう一枚のホットメルト接着剤を塗布した单板ディスクを重ね合わせエアースプレー等で貼り合わせる方法、両面粘着テープにより貼り合わせる方法等が用いられている。

【0007】 しかし、エポキシ系接着剤を用いる方法は、2液ならば2液を評量、混合する操作が必要となり、複雑な工程となる上、ボットライフの問題があり、

また加熱硬化するとき部材固定用治具を長時間使用するなど極めて生産性が悪く、また硬化方法が加熱であるため、基板が変形するおそれがある。

【0008】また、ホットメルト接着剤を用いた貼り合わせ方法では、粘着剤を熱溶解しなければならず、溶融温度が高いと基板が変形するおそれがあり、また溶融温度を下げるに高粘度になり扱いが困難になり、また塗布厚が必要以上に厚くなる等の欠点があった。

【0009】さらに、両面テープを用いた貼り合わせ方法では、基板の形状に両面テープを切断し、ついで片側の離型紙を剥離して一方の基板に貼り、次いでテープのもう一方の離型紙を剥離してから他方の基板を貼り付けるという、非常に工程数が多くまた自動化が極めて困難な方法である。

【0010】これらの問題点を解決するために、特開平5-194928や特開平2-195541や特開平5-67361に見られるように接着剤に光硬化性を付与し、接着強度が大きく、貼り合わせ時の歪みが小さい紫外線(UV)硬化接着剤の開発が進んでいる。この紫外線硬化接着剤に用いることができる紫外光重合開始剤は、カルボニル系、アゾ系、ジアゾ系、ハロゲン化物系等、従来既知のものを単独、または複数の組み合わせがある。

【0011】しかし、一般に、アルミニウム蒸着膜等の反射膜層を設けた不透明な光ディスク基板は、300nm付近の光の透過率は極めて小さく、従来のこれらの紫外光開始剤は反射膜層を介しては十分に分解できなかった。それゆえ、いずれも充分な接着力がないため、長期にわたりフォーカスエラーやトラックエラー等の誤作動のない貼り合わせた光ディスクを得る事が不可能であった。また、光ディスク基板であるポリカーボネート等のプラスチック素材やアルミ蒸着層を侵食する重合開始剤が多く、実用的に問題があった。

【0012】近年、特開平8-167172に透明基板とハブとを光硬化性樹脂にて接着することにより光ディスクを製造する方法が公開されている。しかし、この方法では片方の基板が透明であることが必須であり、光ディスク基板のアルミニウム等の金属蒸着膜等が設けられた、不透明な光ディスク基板同士の張り合わせには適用できない。

【0013】

【発明が解決しようとする課題】本発明はアルミニウム蒸着膜等の反射膜層を設けた、不透明な2枚の光ディスク基板を貼り合わせて、片面2層光ディスクまたは両面光ディスクを製造する場合の以上のような問題点を解決するものである。

【0014】すなわち、本発明の目的は、短時間に複雑な工程を必要とせずに光ディスク基板の変形、侵食がなく、かつ極めて強い接着力が得られ長期にわたって優れた耐久性と信頼性を具備する光ディスク基板貼り合わせ

用接着剤組成物及び該接着剤による光ディスクの製造方法を提供することである。

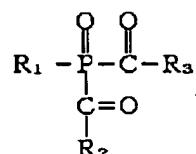
【0015】

【課題を解決するための手段】本発明者等は上記問題点を解決すべく鋭意検討を重ねた結果、従来用いられてきた光ディスク基板貼り合わせ用接着剤に用いられている紫外光重合開始剤に変えて、より長波長領域に吸収を有する、特定の構造を有する可視光重合開始剤を用いることによって上記問題が解決することを見い出し、本発明を完成するに至った。

【0016】すなわち本発明によると、重合性不飽和化合物と光重合開始剤である一般式(1)のビスマルホスフィンオキサイド化合物及び/または一般式(2)のアシルホスフィンオキサイド化合物を含有することを特徴とする光ディスク基板貼り合わせ用接着剤組成物

【0017】一般式(1)：

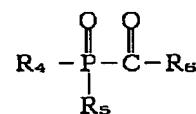
【化3】



(式中、R₁～R₃はそれぞれ独立してアルキル基、アリール基、アリル基、アラルキル基、アルケニル基、アルキニル基、複素環基、置換アルキル基、置換アリール基、置換アリル基、置換アラルキル基、置換アルケニル基、置換アルキニル基または置換複素環基を示す)

一般式(2)：

【化4】



(式中、R₄～R₆はそれぞれ独立してアルキル基、アリール基、アリル基、アラルキル基、アルケニル基、アルキニル基、複素環基、置換アルキル基、置換アリール基、置換アリル基、置換アラルキル基、置換アルケニル基、置換アルキニル基または置換複素環基を示す)

【0018】及び、上記の接着剤組成物を、貼り合わせる2枚の光ディスク基板のうち一方または両方の面に対し塗布した後に貼り合わせ、光重合開始剤の吸収波長を含む光を一方の面、または両面に照射して接着硬化させることを特徴とする光ディスク基板の貼り合わせによる光ディスクの製造方法を開発することにより上記の目的を解決した。

【0019】本発明の特徴としては、光ディスク基板貼り合わせ用接着剤組成物の光重合開始剤として、一般式(1)で表されるビスマルホスフィンオキサイド化合物及び/または一般式(2)のアシルホスフィンオキサイド化合物を使用することが挙げられる。

【0020】これらの開始剤は、従来の紫外光重合開始剤よりも長波長領域(400nm以上の可視光領域)に感光性があるため、光ディスク基板のアルミニウム蒸着膜等の反射膜層を透過し得る照射光により、効率良く分解できる。さらに、光照射により開裂してアシルラジカルとホスフィノイルラジカルを発生するので、従来の紫外光重合開始剤よりも重合開始効率が高いとされている。

【0021】(ビス)アシルホスフィン化合物を光重合開始剤として用いた例としては、特開昭61-130296号、特開平2-1401等、特開平4-180911号特開平8-167172号等が挙げられる。しかし、いずれも歯科材料用組成物あるいはレンズ、プリズム等の光硬化に応用しているにすぎず、光ディスク基板の貼り合わせに関しても一方が透明基板にのみ適用されているにすぎなかった。

【0022】本発明で用いられる一般式(1)のビスマスアシルホスフィンオキサイド化合物の具体例としては、ビス(2,6-ジクロルベンゾイル)-フェニルホスフィンオキサイド、ビス(2,6-ジクロルベンゾイル)-2,5-ジメチルフェニルホスフィンオキサイド、ビス(2,6-ジクロルベンゾイル)-4-エトキシフェニルホスフィンオキサイド、ビス(2,6-ジクロルベンゾイル)-4-ビフェニリルホスフィンオキサイド、ビス(2,6-ジクロルベンゾイル)-4-プロピルフェニルホスフィンオキサイド、ビス(2,6-ジクロルベンゾイル)-2-ナフチルホスフィンオキサイド、ビス(2,6-ジクロルベンゾイル)-1-ナフチルホスフィンオキサイド、ビス(2,6-ジクロルベンゾイル)-4-クロルフェニルホスフィンオキサイド、ビス(2,6-ジクロルベンゾイル)-2,4-ジメトキシフェニルホスフィンオキサイド、ビス(2,6-ジクロルベンゾイル)-4-デシルホスフィンオキサイド、ビス(2,6-ジクロルベンゾイル)-4-オクチルフェニルホスフィンオキサイド、ビス(2,6-ジクロルベンゾイル)-2,5-ジメチルフェニルホスフィンオキサイド、ビス(2,6-ジクロルベンゾイル)-フェニルホスフィンオキサイド、ビス(2,4,6-トリメチルベンゾイル)-2,5-ジメチルフェニルホスフィンオキサイド、ビス(2,6-ジクロル-3,4,5-トリメトキシベンゾイル)-2,5-ジメチルフェニルホスフィンオキサイド、ビス(2,6-ジクロル-3,4,5-トリメトキシベンゾイル)-4-エトキシフェニルホスフィンオキサイド、ビス(2-メチル-1-ナフトイル)-2,5-ジメチルフェニルホスフィンオキサイド、ビス(2-メチル-1-ナフトイル)-4-ビフェニリルホスフィンオキサイド、ビス(2-メチル-1-ナフトイル)-4-エトキシフェニルホスフィンオキサイド、ビス(2-メチル-1-ナフトイル)-4-プロピルフェニルホスフィンオキサイド、ビス(2-メチル-1-ナフトイル)-2,5-ジメチルフェニルホスフィンオキサイド、ビス(2-メチル-1-ナフトイル)-4-エトキシフェニルホスフィンオキサイド、ビス(2-メチル-1-ナフトイル)-4-ビフェニリルホスフィンオキサイド、ビス(2-クロル-1-ナフトイル)-2,5-ジメチルフェニルホスフィンオキサイド、ビス(2-クロル-1-ナフトイル)-4-エトキシフェニルホスフィンオキサイド、ビス(2-クロル-1-ナフトイル)-4-ビフェニリルホスフィンオキサイド等を挙げることができる。

【0023】また、一般式(2)のアシルホスフィンオキサイド化合物の具体例としては、2,4,6-トリメチルベンゾイルジフェニルホスフィンオキサイド、p-トルイルジフェニルホスフィンオキサイド、4-t-ブチルベンゾイルジフェニルホスフィンオキサイド、1-メチルシクロヘキサノイルジフェニルホスフィンオキサイド等が挙げられる。中でも、ビス(2,6-ジメトキシベンゾイル)-2,4,4-トリメチルベンチルホスフィンオキサイドと、2,4,6-トリメチルベンゾイルジフェニルホスフィンオキサイドが好ましく、ビス(2,6-ジメトキシベンゾイル)-2,4,4-トリメチルベンチルホスフィンオキサイドが最も好ましい。

【0024】これらの開始剤は、重合性不飽和化合物総量100重量部に対して0.01~50.0重量部の比率で添加される。好ましくは0.1~20.0重量部、さらに好ましくは1.0~10.0重量部である。これらの開始剤の添加量が、重合性不飽和化合物総量100重量部に対して0.01重量部より少ない場合には、硬化が十分に進行せず、接着強度が不足するおそれがある。また、これらの開始剤の添加量が重合性不飽和化合物総量100重量部に対して50.0重量部より多い場合は、ラジカル発生量が極めて多くなりすぎ、接着層の樹脂の分子量が小さくなり、接着強度が不足するおそれがある。

【0025】また、これらの重合開始剤は、一種のみ単独でも、二種以上混合して用いてもかまわない。

【0026】(ビス)アシルホスフィンオキサイド化合物の合成法は、特開昭61-130296、特開昭55-13794号等に開示されている。さらに詳細に関しては、特公昭60-8047号、特開昭61-130296号、特開平6-298818号、特開平7-62010号等に記載されている。

【0027】本発明に用いられる重合性不飽和化合物は、ラジカル重合性の不飽和基を有する化合物であり、(メタ)アクリル基、ビニル基、アリル基等を有するモノマー、オリゴマー、樹脂類であれば特に制限はないが、硬化後の基板への接着性を高めるため、硬化時の体

積収縮率が小さい化合物を用いることが好ましい。具体的には、重合性不飽和化合物全体の硬化時の体積収縮率が15%以下、より好ましくは10%以下である。なお、この硬化時の体積収縮率に関しては、「熱硬化性高分子の精密化(株式会社CMC出版 1986年発行)」のp-1~41に記載がある。

【0028】硬化時の体積収縮率が小さい化合物としては、分子内にかさ高い環状置換基を有する不飽和化合物が挙げられる。該環状置換基としては、フェニル、ナフチル、ビリジル等の芳香族置換基、シクロヘキシル、イソボルニル、ジシクロペントジエニル基等の脂環式置換基等が挙げられるが、中でも脂環式置換基を有する不飽和化合物が特に好ましい。

【0029】具体的にはジメチロールジシクロペントジエニレンジ(メタ)アクリレート、イソボルニル(メタ)アクリレート、2-ヒドロキシ-3-フェノキシプロピル(メタ)アクリレート等が挙げられる。

【0030】また、上記低収縮性不飽和化合物以外の重合性不飽和モノマーとしては、スチレン、 α -メチルスチレン、p-メチルスチレン、クロロスチレン等の芳香族モノマー、メチルメタクリレート、イソブチル(メタ)アクリレート、2-ヒドロキシエチル(メタ)アクリレート、2-ヒドロキシプロピル(メタ)アクリレート、ポリオキシエチレン(メタ)アクリレート等の(メタ)アクリレートモノマー、N, N-ジメチルアクリラミド、N, N-ジエチルアクリラミド、N-アクリロイルモルホリン等のN-置換アクリラミド等が挙げられる。また本発明で用いられる重合性不飽和オリゴマー、樹脂類としては、不飽和ポリエステル樹脂、ビニルエステル樹脂、硬化性(メタ)アクリル樹脂等が挙げられる。

【0031】不飽和ポリエステルとしては、一般に知られている、酸またはその無水物と、アルコールを公知の方法で反応させて得られる物等が使用される。

【0032】また、ビニルエステル樹脂としては、公知の方法により製造されるもので、エポキシ樹脂に(メタ)アクリル酸を反応させて得られるエポキシ(メタ)アクリレート、あるいは飽和ジカルボン酸及び/または不飽和ジカルボン酸と多価アルコールから得られる末端カルボキシル基のポリエステルに α , β -不飽和カルボン酸エステル基を含有するエポキシ化合物を反応させて得られるポリエステル(メタ)アクリレート等が挙げられる。

【0033】また、硬化性(メタ)アクリル樹脂は、具体的には、1, 4-ブタンジオールジメタクリレート、1, 6-ヘキサンジオールジメタクリレート、トリメチロールプロパントリアクリレート、ペンタエリスリトルトリメタクリレート、ペンタエリスリトルテトラアクリレート等の(メタ)アクリレートやヒドロキシアルキル(メタ)アクリレートとイソシアネート基を有する

化合物との反応ができるウレタンアクリレート等が挙げられる。

【0034】また本発明の重合性不飽和化合物として、アルミ蒸着面との付着性を上げるために、リン酸基含有不飽和化合物を少量存在させることが好ましい。具体例としては、2-ヒドロキシエチル(メタ)アクリレートのリン酸エステル、2-ヒドロキシエチル(メタ)アクリレートのカブロラクトン変性物のリン酸エステル等が挙げられ、市販品が容易に入手可能である。添加量は0.01~1.0重量部の範囲、好ましくは0.1~5重量部の範囲である。リン酸基含有不飽和化合物の添加量が0.01重量部以下では、その効果が認められず、また1.0重量部以上では、基板あるいはアルミ蒸着面を侵食するおそれがある。

【0035】さらに、本発明の組成物には硬化反応を効率よく進行させる目的や、光照射終了後の後硬化での接着強度を得るために、各種重合促進剤等を配合してもよい。重合促進剤としては他の光重合開始剤、熱重合開始剤、レドックス重合開始剤等が挙げられる。

【0036】また本発明の組成物に熱重合開始剤も添加可能であり、具体的にはセーブチルパーオキシピバレート、ラウロイルパーオキサイド等の各種過酸化物、アゾビスイソブチロニトリル等の親油性アゾビス化合物等が挙げられる。

【0037】更に本発明の組成物には、一般に塗料用添加剤として用いられているレベリング剤、可塑剤、消泡剤、増粘剤、重合禁止剤、酸化防止剤等を必要に応じて、貼り合わせた2枚の光ディスク基板の接着強度を損なわない程度に添加することができる。

【0038】また、本発明の接着剤組成物は溶剤等で希釈し粘度を低下して使用することもできる。溶剤は一般に市販されているものでかまわぬが、反射膜や光ディスク基板を腐食、白化するものは使用できない。

【0039】本発明の2枚の光ディスク基板の光硬化による貼り合わせ方法は、一般に次のような手順で行われる。SD-5に分類されるDVDでは、まず、一方の光ディスク基板を金属蒸着面を上側にして回転テーブルに真空吸着させて固定し、低速で回転しながら本発明の接着剤組成物を滴下する。次に、保護板となる基板を重ね合わせ、高速回転させることにより接着剤組成物を広げる。SD-9に分類されるDVDは半透明層を上側にして回転テーブルに真空吸着させて固定し、低速で回転しながら本発明の接着剤組成物を滴下する。次に記録面に反射層が形成された基板とを両信号面を対向させて重ね合わせ、高速回転させることにより接着剤組成物を広げる。SD-10に分類されるDVDは、一方の光ディスク基板を金属蒸着面を上側にして回転テーブルに真空吸着させて固定し、低速で回転しながら本発明の接着剤組成物を滴下する。次に、もう一方の光ディスク基板の金属蒸着面信号面を下側にして上から重ね合わせ、高速回

転させることにより接着剤組成物を広げる。

【0040】このように高速回転させた時、余分な接着剤組成物は基板外周端から吐出され必要量の接着剤だけが貼り合わされる2枚の光ディスク基板に保持される。この後、2枚の光ディスク基板の位置ずれが生じないように治具に固定しベルトコンベア等の装置上で少なくとも一方の面から表面に、本発明で用いている(ビス)アシルホスフィンオキサイド化合物及び添加した他の光重合開始剤の吸収波長を含む光を照射することにより重合性不飽和化合物を硬化せしめ中間層を形成し、貼り合わされた光ディスクが得られる。

【0041】また別の方法として、貼り合わせる光ディスク基板の一方を回転テーブルに真空吸着させて固定し、回転していない状態もしくは低速で回転しながら本発明の接着剤組成物を滴下する。次に、高速回転させることにより接着剤を広げ、余分な接着剤組成物を基板外周端から除去し、もう一方の光ディスク基板を上から重ね合わせる。この後、前記方法と同様の光照射による硬化工程を経て貼り合わせた光ディスクが得られる。

【0042】接着剤組成物の塗布方法は上記方法に限定されるものではなく、手、ヘラ、ロールコート、スプレー等の公知の手段を用いて任意の厚さの接着中間層としてもよい。

【0043】光照射は、組成物中の開始剤の感光波長領域に分光分布を有しあつ光反応を生起し得る強度の光照射が出来る光源であればよく、例えばハロゲンランプ、キセノンランプ、水銀ランプ、メタルハライドランプ、太陽光等が使用される。光開始剤の感光波長に適合させるために、2種以上の光源を併用することも出来る。本発明の貼り合わせた光ディスクの製造方法に必要な光強

度は開始剤の感光性(光感度)、重合性化合物の硬化性、量、などにより異なるが、一般には 10mJ/cm^2 以上、好ましくは 100mJ/cm^2 以上の光強度である。光強度が低すぎると光反応が十分に進行せず、接着強度が不十分であるおそれがある。また過度の光強度では光ディスクの反り等の変形が生じ好ましくない。

【0044】光の波長に関しては、 400nm より短い波長の光のみでは安全性に問題があり、また深さ方向の硬化が不均一になるおそれがある。

【0045】また重合反応を促進するために、光ディスク基板を反り等の変形がしない程度に加温して接着工程を行うことも出来る。一般にハロゲンランプ等、赤外領域に分光を有する光を照射すると熱線の作用により被照射物の品温が上昇し、硬化反応を促進するので好ましい。

【0046】

【実施例】以下に実施例を挙げて本発明を説明する。ただし、本発明が以下の実施例に限定されるものではない。また以下の説明で断りのない場合は、『部』は重量部をあらわす。

【0047】(実施例1) 直径 120mm 、厚さ 1.2mm のDVD用ポリカーボネート基板のアルミニウム蒸着面側に下記組成1(体積収縮率6.5%)からなる接着剤組成物を均一に塗布し、もう一方の光ディスク基板のアルミニウム蒸着面を貼り合わせ、 2kg/cm^2 の圧力をかけて接合した。コンベア式メタルハライドランプ(照射エネルギー 1J/cm^2)を照射高さ 10cm 、 $1.4\text{m}/\text{分}$ のスピードで照射し、2枚のDVD間の接着層を形成せしめ、貼り合わせた両面DVDを得た。

組成1 ライトアクリレートDCP-A※

100部

ビス(2,6-ジメトキシベンゾイル)-2,4,4

3部

-トリメチルペンチルホスフィンオキサイド

※ライトアクリレートDCP-Aは、共栄社化学社製ジメチロールジシクロペ
ンタジエニレンジアクリレートの商品名である。

このようにしてできた接合面を 80°C 、90%相対湿度の恒温恒湿槽に7日間入れた後観察したところ、端部にも剥離が見られず、充分な接着がされていることがわかった。

組成2 ライトアクリレートDCP-A

100部

カヤマ-PM2※

0.5部

ビス(2,6-ジメトキシベンゾイル)-2,4,4

3部

-トリメチルペンチルホスフィンオキサイド

※カヤマ-PM2は、日本化薬社製のリン酸基含有の重合性不飽和化合物の商
品名である。

同様にできた接合面を 80°C 、90%相対湿度の恒温恒湿槽に7日間入れた後観察したところ、端部にも剥離が見られず、充分な接着がされていることがわかった。

組成3 ライトアクリレートDCP-A

100部

2,4,6-トリメチルベンゾイル-ジフェニルホスフィンオキサイド

【0049】(実施例3) 実施例1の組成1の代わりに下記組成3の接着剤組成物(体積収縮率6.5%)を用いる以外は全く同様にして試験を行った。

3部

同様にできた接合面を80°C、90%相対湿度の恒温恒湿槽に7日間入れた後観察したところ、端部にも剥離が見られず、充分な接着がされていることがわかった。

組成4 ライトアクリレートDCP-A	100部
カヤマ-PM2	0.5部
2, 4, 6-トリメチルベンゾイルージフェニルホスフィンオキサイド	3部

同様にできた接合面を80°C、90%相対湿度の恒温恒湿槽に7日間入れた後観察したところ、端部にも剥離が見られず、充分な接着がされていることがわかった。

組成5 ライトアクリレートDCP-A	50部
EB-810※	50部
カヤマ-PM2	0.5部
ビス(2, 6-ジメトキシベンゾイル)-2, 4, 4	
-トリメチルベンチルホスフィンオキサイド	3部

※EB-810はダイセル・UCB社製ポリエステラアクリレート

同様にできた接合面を80°C、90%相対湿度の恒温恒湿槽に7日間入れた後観察したところ、端部にも剥離が見られず、充分な接着がされていることがわかった。

組成6 ライトアクリレートDCP-A	50部
EB-3701※	50部
カヤマ-PM2	0.5部
2, 4, 6-トリメチルベンゾイルージフェニルホスフィンオキサイド	
	3部

※EB-3701はダイセル・UCB社製エポキシアクリレートの商品名である。

同様にできた接合面を80°C、90%相対湿度の恒温恒湿槽に7日間入れた後観察したところ、端部にも剥離が見られず、充分な接着がされていることがわかった。

組成7 ライトアクリレートDCP-A	100部
カヤマ-PM2	0.5部
ビス(2, 6-ジメトキシベンゾイル)-2, 4, 4	
-トリメチルベンチルホスフィンオキサイド	2部
2, 4, 6-トリメチルベンゾイルージフェニルホスフィンオキサイド	
	2部

同様にできた接合面を80°C、90%相対湿度の恒温恒湿槽に7日間入れた後観察したところ、端部にも剥離が見られず、充分な接着がされていることがわかった。

【0054】(比較例1) 直径120mm、厚さ1.2mmのDVD用ポリカーボネート基板のアルミニウム蒸着面側にセメダインHM408(セメダイン(株)製、光ディスク用ホットメルト接着剤)を均一に塗布し、もう一方の光ディスク基板にも同様に塗布し、接着面同士

【0050】(実施例4) 実施例1の組成1の代わりに下記組成4の接着剤組成物(体積収縮率7%)を用いる以外は全く同様にして試験を行った。

組成8 ライトアクリレートDCP-A	100部
イルガキュア-500 (チバガイギー社製)	3部

このようにしてできた接着層は半硬化状であり、接着面は簡単に剥離してしまい、強度が全く不足していた。

【0056】(比較例3) 実施例1の組成1の代わりに

組成9 ライトアクリレートDCP-A	100部
--------------------	------

を張り合わせ、2kg/cm²の圧力をかけて接合した。このようにしてできた接合面を80°C、90%相対湿度の恒温恒湿槽に7日間入れた後観察したところ、端部から剥離を生じていた。

【0055】(比較例2) 実施例1の組成1の代わりに下記組成8の接着剤組成物を用いる以外は全く同様にして試験を行った。

下記組成9の接着剤組成物を用いる以外は全く同様にして試験を行った。

カヤマーPM2
イルガキュア-500

0.5部
3部

このようにしてできた接着層は半硬化状であり、接着面
は簡単に剥離してしまい、強度が全く不足していた。

下記組成10の接着剤組成物を用いる以外は全く同様に
して試験を行った。

【0057】(比較例4)実施例1の組成1の代わりに

組成10 ライトアクリレートDCP-A	100部
ダロキュア1173	(チバガイギー社製) 3部

このようにしてできた接着層は半硬化状であり、接着面
は簡単に剥離してしまい、強度が全く不足していた。

下記組成11の接着剤組成物を用いる以外は全く同様に
して試験を行った。

【0058】(比較例5)実施例1の組成1の代わりに

組成11 ライトアクリレートDCP-A	100部
カヤマーPM2	0.5部
ダロキュア1173	3部

このようにしてできた接着層は半硬化状であり、接着面
は簡単に剥離してしまい、強度が全く不足していた。

て、短時間に、複雑な工程を必要とせずに、光ディスク
基板が変形がなく、かつ極めて強い接着力が得られ長期
にわたって優れた耐久性と信頼性を具備する貼り合わせ
た光ディスク製造のための接着剤組成物及びその製造方
法が提供された。

【0059】

【発明の効果】本発明により、低収縮性の重合性不飽和
化合物を含む重合性化合物及び特定の光重合開始剤とか
らなる光ディスク基板貼り合わせ用接着剤組成物を用い

フロントページの続き

(72)発明者 大賀 一彦

千葉県千葉市緑区大野台1丁目1番1号
昭和電工株式会社総合研究所内